

**WYSOKOSPRAWNA CHROMATOGRRAFIA CIECZOWA (HPLC) -  
ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA  
SEMESTR IV**

1. Chromatografia jako technika rozdzielania: czas retencji -  $t_r$ , czas martwy -  $t_m$  ( $t_0$ ), zredukowany czas retencji -  $t_r'$ , wysokość piku, szerokość piku u podstawy, szerokość piku w połowie wysokości piku, współczynnik pojemnościowy -  $k'$ , współczynnik selektywności  $\alpha$ , rozdzielczość  $R$ , wysokość równoważna półce teoretycznej -  $H$ , liczba półek teoretycznych -  $N$ , współczynnik asymetrii piku.
2. Zjawiska fizyczne wykorzystywane w poszczególnych technikach chromatograficznych
3. Kształt piku i przyczyny jego rozmycia.
4. Analiza jakościowa i ilościowa: metoda krzywej wzorcowej, metoda dodatku wzorca, metoda wzorca wewnętrznego.
5. Przygotowanie kolumny i próbki do chromatografii cieczowej.
6. Elementy składowe aparatury do HPLC i ich funkcje.
7. Detektory stosowane w chromatografii cieczowej ze szczególnym uwzględnieniem detektora spektrofotometrycznego.
8. Wypełnienia kolumn do HPLC: NP-HPLC, RP-HPLC, IC-HPLC, chromatografia żelowa, chiralna HPLC.
9. Eluenty – od czego uzależniony jest wybór i jaki jest cel działania fazy ruchomej.
10. Elucja izokratyczna i gradientowa.
11. Techniki prowadzenia procesu chromatograficznego (technika elucyjna, czołowa, rugowania)

Literatura uzupełniająca:

1. „Metody instrumentalne w analizie chemicznej”, W. Szczepaniak, PWN, Warszawa 1996
2. „Podstawy chromatografii” Z. Witkiewicz, WNT, Warszawa 2005

# CHROMATOGRAFIA GAZOWA - ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA

## SEMESTR IV

1. Co wyróżnia chromatografię spośród innych metod analitycznych – istota procesu chromatograficznego.
2. Klasyfikacja metod chromatograficznych – chromatografia gazowa a inne techniki chromatograficzne – podobieństwa i różnice.
3. Jakie związki można oznaczać przy wykorzystaniu chromatografii gazowej – rodzaje tych związków, jakie właściwości muszą posiadać, co to jest derywatywacja.
4. Jakie zjawiska (oddziaływania) mogą występować w rozdziale chromatograficznym i na czym one polegają – adsorpcja, desorpcja, rozpuszczalność, lepkość, itp..
5. Praktyczne znaczenie podstawowych pojęć używanych w chromatografii gazowej związanych z rozdziałem substancji na kolumnie – stała podziału –  $K$ ; całkowity czas retencji –  $T_R$ ; martwy czas retencji –  $T_M$ ; zredukowany czas retencji –  $T_R'$ ; objętość retencji –  $V_R$ .
6. Sprawność kolumn chromatograficznych – znaczenie pojęć: wysokość równoważna półce teoretycznej (WRPT) –  $h$ ; ilość półek teoretycznych –  $n$ . Porównanie kolumn kapilarnych z kolumnami pakowanymi – różnice.
7. Ogólny podział wypełnień chromatograficznych – chromatografia adsorpcyjna oraz chromatografia podziałowa.
8. Jakie są i do czego służą elementy składowe aparatury do chromatografii gazowej.
9. Jaka jest podwójna rola dozowników oraz zastosowanie dozownika z dzielnikiem strumienia analitu przed kolumną (split / splitless) lub z bezpośrednim wprowadzaniem próbki do kolumny chromatograficznej (cold on column).
10. Zastosowanie i zasada działania detektorów: przewodnictwa cieplnego (katarometr, TCD), płomieniowo-jonizacyjnego (FID), oraz spektrometru masowego jako sprzężenia z chromatografią gazową (GC-MS).
11. Wpływ temperatury kolumny na rozdzielanie chromatograficzne składników mieszanin – kiedy można zastosować rozdział w warunkach izotermicznych, a kiedy z gradientem (programowaniem) temperatury.
12. Analiza jakościowa – kiedy możemy określić z bardzo dużym prawdopodobieństwem, że pik na chromatogramie pochodzi od oznaczanej substancji – jaka jest poprawna procedura identyfikacji związków.
13. Analiza ilościowa – techniki analizy ilościowej stosowane w metodach chromatograficznych jako techniki określania składu próbki – krzywa kalibracji (wzorzec zewnętrzny), normalizacja, wzorzec wewnętrzny (substancja nie występująca w próbce), dodatek wzorca (badana substancja) – uwarunkowania i sposób wykonania analizy ilościowej z wykorzystaniem tych technik.
14. Ćwiczenie: „Wpływ warunków analizy na jakość rozdziału związków o różnej temperaturze wrzenia. Analiza ilościowa metodą wzorca wewnętrznego alkoholu etylowego w próbce rzeczywistej. Jakościowe oznaczenie szkodliwych produktów fermentacji alkoholowej”

### LITERATURA:

1. I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia Analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne, OWPW, Warszawa 2007.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko; Chemia analityczna; T. III; str. 437-486; PWN; Warszawa 1987 (do zastosowania);
3. Z. Witkiewicz; Podstawy chromatografii; WNT; Warszawa 1992 (dla dociekliwych).

## **ELEKTROFOREZA - ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA**

### **SEMESTR IV**

1. Zjawiska fizyczne leżące u podstaw planarnych i kapilarnych technik elektroforetycznych
2. Mechanizm powstawania przepływu elektroosmotycznego
3. Migracja elektroforetyczna jonów i ich rozdzielanie
4. Aparatura do elektroforezy planarnej i kapilarnej
5. Rodzaje elektroforetycznych technik kapilarnych
6. Planarna elektroforeza żelowa (rodzaje żeli, przygotowanie próbek, bufory, wizualizacja żeli)
8. Metody identyfikacji sygnałów otrzymywanych techniką elektroforezy planarnej i kapilarnej
9. Analiza ilościowa technikami elektroforetycznymi
10. Zastosowanie technik elektroforetycznych

#### Literatura:

1. „Chemia analityczna – ćwiczenia laboratoryjne” pod red. I Głuch, M. Balcerzak, OWPW, Warszawa 2007

## WOLTAMPEROMETRIA - ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA

### SEMESTR IV

1. Rodzaje prądów w woltamperometrii i sposoby eliminacji niekorzystnych składowych prądu.
2. Parametry charakteryzujące woltamperogram: wysokość pików, potencjał półfali, szerokość połówkowa pików i ich zależność od składu próbki
3. Wpływ reakcji kompleksowania na potencjał półfali
4. Niekorzystny wpływ tlenu na pomiar woltamperometryczny
5. Sposoby polepszania granicy oznaczalności w woltamperometrii
6. Metody strippingowe (inwersyjne) ASV, CSV- zastosowanie
7. Ograniczenia zakresów pomiarowych dla elektrod stałych i rtęciowych
8. Porównanie rtęciowej elektrody błonkowej i klasycznej rtęciowej elektrody kroplowej
9. Kryterium odwracalności reakcji elektrodowych, mieszanie próbki i zjawiska transportu; szerokość pików
10. Tworzenie związków międzymetalicznych w rtęci, wpływ na wyniki oznaczania oraz sposoby zapobiegania ich tworzeniu

#### Literatura

1. I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia Analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne, OWPW, Warszawa 2007.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia analityczna t.III, PWN, Warszawa 1985.
3. A. Cygański, Metody elektroanalityczne, Warszawa WNT 1995.
4. W. Szczepaniak, Metody instrumentalne w analizie chemicznej, PWN, Warszawa 1996.

## POTENCJOMETRIA - ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA

### SEMESTR IV

1. Podstawy teoretyczne potencjometrii - potencjał elektrody, potencjał dyfuzyjny, potencjał standardowy, siła elektromotoryczna układu pomiarowego, równanie Nernsta, równanie Nikolskiego, stężenie a aktywność jonów w roztworze, siła jonowa roztworu.
2. Elektrody wskaźnikowe i porównawcze (chlorosrebrowa, kalomelowa). Budowa, mechanizm działania (równania półówkowe reakcji elektrodowych) i klasyfikacja elektrod - I-III rodzaju, redoks, membranowych).
3. Elektroda szklana. Elektrody jonoselektywne. Parametry pracy charakteryzujące elektrody jonoselektywne (nachylenie krzywej kalibracji, zakres prostoliniowy krzywej kalibracji, czas odpowiedzi, selektywność).
3. Układy pomiarowe - metoda kompensacyjna, przyrządy o wysokiej oporności.
4. Metody oznaczeń potencjometrii bezpośredniej - metoda krzywej wzorcowej (kalibracji), metoda dodatku wzorca. pH-metria. Zastosowanie elektrod kationo- i anionoselektywnych.
5. Miareczkowanie potencjometryczne - typy reakcji chemicznych w miareczkowaniach z potencjometryczną detekcją punktu końcowego, sposoby prowadzenia miareczkowań potencjometrycznych, metody wyznaczania punktu końcowego, stosowane układy elektrod, miareczkowania w środowisku niewodnym.
6. Zastosowanie metod potencjometrycznych - pH-metria, analiza kliniczna, ochrona środowiska. Automatyzacja i analiza seryjna.

#### Literatura:

1. I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia Analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne, OWPW, Warszawa 2007.
2. W. Szczepaniak, Metody instrumentalne w analizie chemicznej, PWN, W-wa 1996.
3. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia Analityczna t. III, PWN, W-wa, 1985
4. D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, S.R. Crouch, Podstawy chemii analitycznej, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2007.
5. A. Cygański, Metody elektroanalityczne, WNT, Warszawa 1995.
6. K. Cammann, Zastosowanie elektrod jonoselektywnych, WNT, Warszawa 1977.

## SPEKTROFOTOMETRIA UV i VIS - ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA

### SEMESTR IV

1. Podstawy teoretyczne metody. Absorpcja promieniowania przez cząsteczki. Własności światła, zakresy widma wykorzystywane w spektrofotometrii.
2. Teoria barwności substancji. Podstawy identyfikacji substancji. Elektronowe widma absorpcyjne związków kompleksowych metali i związków organicznych.
3. Podstawy metod spektrofotometrycznych. Prawa absorpcji. Czułość, precyzja i dokładność metody. Układy barwne stosowane w spektrofotometrii (podwójne, potrójne).
4. Aparatura stosowana w metodach spektrofotometrycznych. Typy spektrofotometrów: jedno-, dwuwiązkowe; rejestrujące, do pomiarów punktowych, jednoczesnej detekcji. Elementy składowe spektrofotometrów (źródło światła, monochromator, kuwety, detektor, rejestrator) i ich przeznaczenie. Błędy pomiarów związane z budową spektrofotometru (szerokość spektralna wiązki, promieniowanie rozproszone, poziom szumów).
5. Zastosowanie spektrofotometrii:
  - a) identyfikacja substancji,
  - b) oznaczanie ilościowe: krzywa wzorcowa, metoda dodatków, miareczkowanie spektrofotometryczne,
  - c) wyznaczanie parametrów dysocjacji, kompleksowania, ekstrakcji,
  - d) wyznaczanie składu związków kompleksowych (metoda zmian izomolowych JOBA, metoda stosunków molowych),
  - e) oznaczanie ekstrakcyjno-spektrofotometryczne - zagęszczanie próbek, wzrost selektywności metod. Stosowane układy ekstrakcyjne.
  - f) spektrofotometria pochodna - właściwości spektrofotometrii pochodnej (zależność wielkości sygnału od kształtu i intensywności piku); stosowane techniki pomiarowe; metody różniczkowania widm; zalety i wady spektrofotometrii pochodnej; zastosowanie spektrofotometrii pochodnej.

#### Literatura:

1. I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia Analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne, OWPW, Warszawa 2007.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia Analityczna, t. III, PWN, Warszawa 1985.
3. Z. Marczenko, M. Balcerzak, Spektrofotometryczne metody w analizie nieorganicznej, PWN, Warszawa 1998.
4. T. Nowicka-Jankowska, Spektrofotometria UV-VIS w analizie chemicznej, PWN 1988.
5. A. Cygański, Spektroskopowe metody analizy, PWN, Warszawa 1994.

## FLUORYMETRIA - ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA

### SEMESTR IV

1. Zjawisko luminescencji
2. Zjawisko fluorescencji na podstawie diagramu Jabłońskiego
3. Przesunięcie Stokes'a
4. Wydajność kwantowa
5. Rodzaje substancji fluoryzujących
6. Czynniki wpływające na fluorescencję
7. Zasada metody fluorymetrycznej
8. Aparatura do pomiarów fluorymetrycznych
9. Pomiary fluorymetryczne – zastosowanie
10. Wady i zalety fluorymetrii

#### Literatura:

1. I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia Analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne, OWPW, Warszawa **2007**.
2. A. Kawski, Fotoluminescencja roztworów, Warszawa, PWN **1992**.
3. A. Cygański, Metody spektroskopowe w chemii analitycznej, Warszawa, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne **2002**.
4. J. Kęcki, Podstawy spektroskopii molekularnej, Warszawa, PWN **1998**.

# SPEKTROMETRIA ATOMOWA - ZAGADNIENIA DO OPRACOWANIA

## SEMESTR IV

### EMISYJNA SPEKTROMETRIA ATOMOWA

1. Powstawanie widm emisyjnych (budowa atomu, rodzaje widm, wzbudzenie rezonansowe, jonizacja, linie ostatnie, linie rezonansowe).
2. Budowa spektrografu i spektrometru skanującego oraz jednoczesnej detekcji:
  - a) źródła wzbudzenia: rodzaj, wielkość dostarczanej energii, stabilność, zastosowanie
  - b) elektrody, budowa i zastosowanie
  - c) postać próbki podlegającej wzbudzeniu
  - d) reakcje zachodzące podczas wzbudzenia
  - e) monochromatory (elementy rozszczepiające, różnice w widmie), polichromator
  - f) detektory (płyta spektrograficzna, fotopowielacz, detektor CCD (linijka fotodiodowa))
  - g) parametry charakteryzujące aparaturę spektralną
3. Analiza jakościowa za pomocą spektrografii emisyjnej i spektrometrii:
  - a) metoda porównawcza ze wzorcem żelaza
  - b) metoda wzorca spektralnego
  - c) widmo emisyjne
4. Analiza ilościowa za pomocą spektrografii emisyjnej:
  - a) metoda krzywej wzorcowej
  - b) metoda wzorca wewnętrznego
  - c) metody pomocnicze w analizie spektrograficznej: dodatek buforu spektrochemicznego, nośnika spektralnego, rozcieńczalnika, rozpuszczanie próbki
5. Zastosowanie spektrografii emisyjnej w analizie
  - a) rodzaje materiałów, liczba analizowanych składników
  - b) zakres oznaczanych zawartości
  - c) precyzja

#### Literatura:

1. I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia Analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne, OWPW, Warszawa 2007.
2. W. Szczepaniak, Metody instrumentalne w analizie chemicznej, PWN Warszawa 1996.
3. A. Cygański, Spektroskopowe metody analizy, PWN, Warszawa 1994.

### ABSORPCYJNA SPEKTROMETRIA ATOMOWA

1. Podstawy teoretyczne metody. Absorpcja promieniowania przez atomy. Szerokość linii widmowej. Sposób wyboru linii widmowej. Pomiar absorpcji.
2. Aparatura - schematy blokowe różnych typów spektrofotometrów AAS. Budowa niektórych elementów składowych spektrofotometru AAS: źródło promieniowania, nebulizer, atomizer (zachodzące w nim procesy), monochromator, detektor.



3. Analiza metodą AAS. Sposoby wzorcowania. Rodzaje interferencji oraz metody ich usuwania.
4. Charakterystyka metody - precyzja oznaczeń, dokładność, stężenie charakterystyczne, przeznaczenie metody.
5. Przykłady zastosowań AAS.
6. Proste zadania rachunkowe (obliczenia oznaczonych stężeń z krzywej wzorcowej i metody dodatków).

Literatura:

1. I. Głuch, M. Balcerzak, Chemia Analityczna. Ćwiczenia laboratoryjne, OWPW, Warszawa 2007.
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia analityczna t.III, PWN, Warszawa 1985.
3. K. Ditrich, Absorpcyjna spektrometria atomowa, PWN, Warszawa 1988.
4. W. Szczepaniak, Metody instrumentalne w analizie chemicznej, PWN, Warszawa 1996.
5. B. Weltz, Atomic Absorption Spectrometry, VCH Weinheim 1985.